

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 08208387
PUBLICATION DATE : 13-08-96

APPLICATION DATE : 30-01-95
APPLICATION NUMBER : 07034305

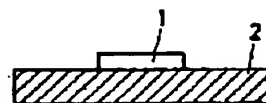
APPLICANT : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD;

INVENTOR : FUJIMORI NAOHARU;

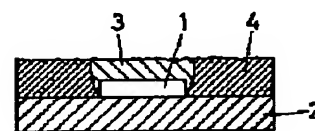
INT.CL. : C30B 29/04 C30B 25/02 G02B 1/02
G02B 5/00

TITLE : DIAMOND PARTS

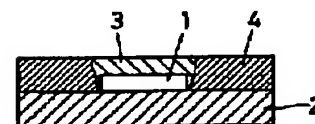
(a)



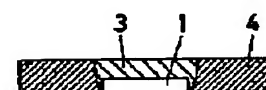
(b)



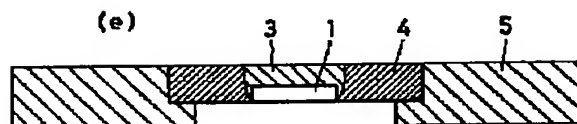
(c)



(d)



(e)



ABSTRACT : PURPOSE: To obtain parts excellent in optical or electrical characteristics and having diamonds capable of synthesis in large area as diamond parts used for an optical window material, a sensor, etc.

CONSTITUTION: Each of the objective diamond parts has a structure formed by surrounding the peripheries of single-crystalline diamonds 1, 3 each having $\geq 1\text{mm}^2$ area and excellent in function as an optical window or a sensor with a polycrystalline diamond 4 in a contact state.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

THIS PAGE BLANK (USPTO)

—549—

【特許請求の範囲】

【請求項1】 面積が 1 mm^2 以上の単結晶ダイヤモンド、及び、その外周に接して取り囲んだ多結晶ダイヤモンドを含むことを特徴とするダイヤモンド部品。

【請求項2】 請求項1記載のダイヤモンド部品であって、多結晶ダイヤモンドが気相から成長させたダイヤモンドであることを特徴とするダイヤモンド部品。

【請求項3】 請求項1記載のダイヤモンド部品であって、単結晶ダイヤモンドと多結晶ダイヤモンドがともに気相から成長させたダイヤモンドであることを特徴とするダイヤモンド部品。

【請求項4】 請求項1記載のダイヤモンド部品であって、多結晶ダイヤモンドが複数の単結晶ダイヤモンドを取り囲んでいることを特徴とするダイヤモンド部品。

【請求項5】 請求項1記載のダイヤモンド部品であって、ダイヤモンドが厚み $30\text{ }\mu\text{m}$ 以上の自立膜であることを特徴とするダイヤモンド部品。

【請求項6】 請求項1記載のダイヤモンド部品であって、単結晶ダイヤモンドの面が(001)面からの面方位ずれが 10 度以内であることを特徴とするダイヤモンド部品。

【請求項7】 請求項1記載のダイヤモンド部品であって、単結晶ダイヤモンドが光学窓としての機能を有することを特徴とするダイヤモンド部品。

【請求項8】 請求項1記載のダイヤモンド部品であって、単結晶ダイヤモンドが、粒子もしくは光を検出するためのセンサーとしての機能を有していることを特徴とするダイヤモンド部品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はセンサー、光学用窓材などに用いられるダイヤモンド部品に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 ダイヤモンドはよく知られている高硬度、高熱伝導率の他、光透過特性、ワイドバンドギャップなどの数多くの優れた性質を有することから、各種工具、光学部品、半導体、電子部品の材として幅広く用いられており、今後さらに重要性が増すものと考えられる。また、これらの特性のうち複数、例えばワイドバンドギャップと高熱伝導率、を用いた用途も期待されている。

【0003】 ダイヤモンドは過去には天然に産出するものが工業用途に使用されたが、現在では人工合成されたものが中心である。ダイヤモンド単結晶は現在工業的には、全てそれらが安定である数万気圧以上の圧力で合成されている。このような高い圧力を発生する超高压容器は非常に高価であり、大きさにも制限があるため、高温高压法による大型の単結晶合成には限界がある。不純物として窒素(N)を含んだ黄色を呈するIb型のダイヤモンドについては 1 cm 級のものが高压合成法により

合成、販売されているがこの程度がほぼ限界と考えられている。また、不純物のない無色透明なIIa型のダイヤモンドの大きさは、天然のものを除けば数mm程度以下のさらに小さなものに限られている(住友電気工業株式会社より発売されている)。

【0004】 一方、高压法と並んでダイヤモンドの合成法として確立されるに至った方法として気相合成法があげられる。この方法によっては数cm~ 10 cm の比較的大面積のものが人工的に製造されているが、これらは通常は多結晶膜である。近年、様々な気相合成法が開発され、気相合成法による多結晶ダイヤモンド膜の膜質は向上してきている。配向性の高いダイヤモンド膜により、単結晶に近い光透過特性を示すダイヤモンド膜が得られることをWildら(C. Wild et al. Proc. of 1st Int'l Conf. on the Application of Diamond Films and Related Materials pp197-205)が報告している。また、多結晶ダイヤモンド膜を用いた電子デバイスも報告されている。純度の高い多結晶ダイヤモンドやヘテロエピタキシャルダイヤモンド(X. Jiang et al.: Appl. Phys. Lett. 62 (1993) 3438)では単結晶ダイヤモンドに匹敵する熱伝導率や硬度を示すが、電気的な用途、光学的な用途では単結晶膜の優位は揺るがないところである。気相合成法を用いて、単結晶ダイヤモンドをエピタキシャル成長により得る方法が考えられるが、結晶性のよいダイヤモンドの合成面積は多結晶膜に及ばない。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 そのため、大面積合成が可能な多結晶膜の長所と、電気的或いは光学的な特性に優れた単結晶膜の長所とを合わせ持ったダイヤモンド膜が要求されてきている。

【0006】

【課題を解決するための手段】 以上の情勢を考慮して、発明者らは、光学的、或いは電気的な用途など単結晶ダイヤモンドの特性が必要とされる部分のみに単結晶ダイヤモンドを用い、その周囲を多結晶膜で熱的、機械的に保護する構造に考え至った。

【0007】 即ち、本発明は、面積が 1 mm^2 以上の単結晶ダイヤモンド、及び、その外周に接して取り囲んだ多結晶ダイヤモンドを含むダイヤモンド部品である。

【0008】 本発明において、多結晶ダイヤモンドは気相から成長させて得ることができるが、単結晶ダイヤモンドと多結晶ダイヤモンドとともに気相から成長させて得ることもできる。また、多結晶ダイヤモンドが複数の単結晶ダイヤモンドを取り囲む構造とすることもできる。

【0009】 さらに、ダイヤモンド部品としては、ダイヤモンドの厚さを $30\text{ }\mu\text{m}$ 以上の自立膜とするのが好ましく、また、単結晶ダイヤモンドの面を(001)面からの面方位ずれを 10 度以内とすることが好ましい。

【0010】

【作用】 前述のようにダイヤモンドは機械的、光学的、

熱的、電氣的に優れた特性を有しており様々な用途が期待されている。実際の用途では、複数の優れた特性を組み合わせる用いられることが多い。

【0011】例えば、強力な放射線を検出するためにダイヤモンド検出器を冷却しながら用いる場合には、耐放射線性、耐熱性、高熱伝導性、電気特性（キャリアが消失しにくいこと）などが要求される。この場合、放射線の検出範囲が限られているならば、高熱伝導性以外の特性は検出範囲にのみ要求され、それ以外の領域はそこで発生する熱を逃がすための熱伝導性のみが要求される。そこで、高度な特性を要求される領域には単結晶ダイヤモンドを、それ以外の領域には多結晶ダイヤモンドを用いても、全てを単結晶で作製した場合と同等の特性が得られる。

【0012】単結晶領域と多結晶領域の境界が一番の問題点であるが、気相合成による多結晶ダイヤモンドが機械的、熱的には十分な特性を有していることに着目して研究を行った結果、単結晶ダイヤモンドのエピタキシャル成長と同時進行する形で多結晶ダイヤモンドの合成により、単結晶-多結晶界面に原子結合が生じ、高い特性の界面が得られることがわかった。

【0013】以上のようにして得られた本発明のダイヤモンド部品は、光学的、或いは電氣的な特性に優れた単結晶ダイヤモンドが光学窓として、或いは、粒子や光を検出するためのセンサーとしての機能を発揮し、大面積合成が可能な多結晶ダイヤモンドが、この単結晶ダイヤモンドの外周を囲んで熱的、機械的に保護することになる。

【0014】

【実施例】以下、この発明の実施例を添付図面に基づいて説明する。

【0015】（実施例1）天然のIIa型ダイヤモンド基板1を用意した。基板面方位は（001）であり大きさは6mm×6mm×0.2mmであった。これを、傷つけ処理を行った多結晶のシリコン基板2（15mm×15mm×5mm）の中央部に配置し（図1a）、μ波プラズマCVD法を用いて、メタン及び水素ガスから成膜を行った。成膜条件は、メタン濃度2%、圧力100 Torr、基材温度900℃であった。220時間成膜を行ったところ、単結晶ダイヤモンド基板1上には290μmの単結晶エピタキシャルダイヤモンド膜3が成長し単結晶基板1を含めて490μmの厚さとなり、また、多結晶シリコン基板2の上には520μmの多結晶ダイヤモンド膜4が成長した（図1b）。この成長面を研磨して単結晶及び多結晶の表面を一致させた（図1c）。また多結晶シリコン基板2を弗硝酸によりエッチング除去して、基板側を20μm研磨除去した（図1d）。

【0016】多結晶ダイヤモンド膜4の周囲を14mmφにレーザー加工して、多結晶ダイヤモンドの部分を鋳付けすることにより、真空フランジ5に接合させた（図

1e）。

【0017】この真空フランジ5の中央の単結晶ダイヤモンドの領域1、3の透過特性を調べたところダイヤモンド特有の良好な透過特性であることがわかった。また、14mmφの領域全体にわたって、装置内部の様子を観察することは十分可能であった。

【0018】（比較例1）天然のIIa型ダイヤモンド（001）基板を用意した。大きさは6mmφ×0.3mmであった。これを鋳付けにより、真空フランジに接合させたところ、真空フランジの使用中にクラックを生じた。

【0019】（比較例2）μ波プラズマCVD法により、実施例1に記載した条件で、15mm×15mm×500μmの多結晶ダイヤモンドを成長させた。真空フランジに接合させ、透過特性を評価したところ、300nmの波長の光に対して、実施例1の場合に比べて約80%の透過率であることがわかった。

【0020】（実施例2）直径13mm、厚さ1mmの（001）単結晶シリコン7に、4mm×4mm、深さ300μmの穴をあけた。その穴に4mm×4mm、厚み300μmの高圧合成1b型（001）単結晶ダイヤモンド6を配置した（図2a）。単結晶ダイヤモンド6上に500μmのエピタキシャルダイヤモンド膜8をマイクロ波プラズマCVD法により成長させた（図2b）。このとき単結晶シリコン7上に同じく成長した多結晶ダイヤモンド膜9は（100）配向しており、500μm程度成長していた。機械研磨により成長面を鏡面研磨し、また基板の単結晶シリコン7、単結晶ダイヤモンド6も研磨除去した（図2c）。その結果、（100）配向した多結晶ダイヤモンド9に囲まれた気相合成単結晶ダイヤモンド8が得られた。

【0021】一方側に1000ppmの硼素をドーブしたダイヤモンド10を、他方側にチタン11をそれぞれ1μm成長させ、単結晶ダイヤモンド膜8以外の部分についた硼素ドーブ膜、チタン膜はアルゴン-酸素の混合ガスを用いたプラズマエッチング、酸によるエッチングにより除去した（図2d）。

【0022】チタン11側が正極、硼素ドーブダイヤモンド10側が負極となるようにバイアス電圧をかけ、ガンマ線を硼素ドーブダイヤモンド10側から照射したところガンマ線の強さに比例した電流が得られた。

【0023】（実施例3）30mm×15mmの長方形のシリコン（厚さ3mm）の上に7mm×7mmのIb型の人工ダイヤモンド（厚さ100μm）を2mmの間隔をあけて並べて配置した。単結晶上にはエピタキシャル膜を、またシリコン上には多結晶膜を成長させた。その後、成長面を鏡面研磨し、基板ダイヤモンド及びシリコンを除去した。その結果、30mm×15mm全体にわたって波長500nmの光は68%以上透過し、2つのエピタキシャルダイヤモンド領域は250nmの光に

5

対しても65%以上の透過率を示した。

【0024】

【発明の効果】以上のように、本発明のダイヤモンド部品によれば、光学的、或いは電気的な用途など単結晶ダイヤモンドの特質が必要とされる部分のみに単結晶ダイヤモンドを用い、その周囲を多結晶ダイヤモンド膜で熱的、機械的に保護する構造により、大面積合成が可能な多結晶膜の長所と、特性に優れた単結晶膜の長所を合わせ持ったダイヤモンド膜が得られ、光学用窓材やセンサーとして有効に利用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のダイヤモンド部品を用いた真空フランジの作製行程を示す図である。

【図2】本発明のダイヤモンド部品を用いた放射線セン

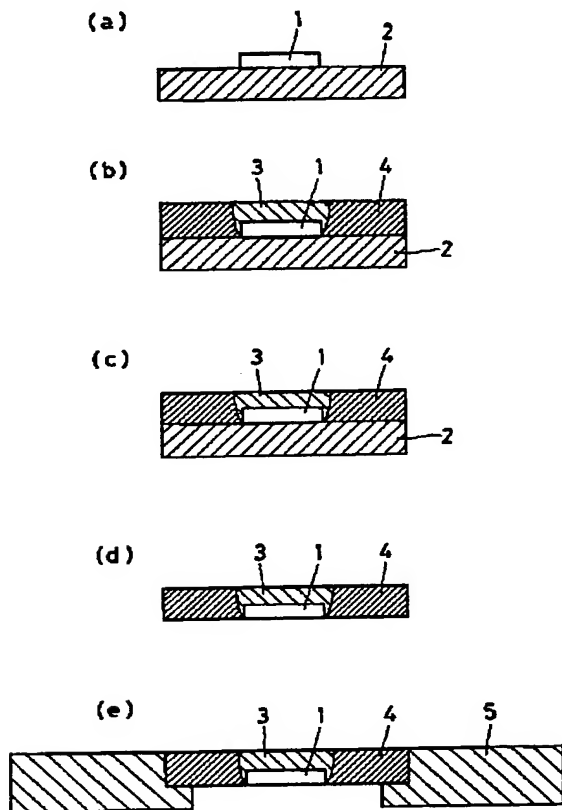
6

サーの作業行程の一部を示す図である。

【符号の説明】

- | | |
|----|----------------------|
| 1 | 天然IIaダイヤモンド基板 |
| 2 | 多結晶シリコン基板 |
| 3 | 単結晶エピタキシャルダイヤモンド膜 |
| 4 | 多結晶ダイヤモンド膜 |
| 5 | 真空フランジ |
| 6 | 高圧合成Ib(001)単結晶ダイヤモンド |
| 7 | (001)単結晶シリコン |
| 8 | エピタキシャルダイヤモンド膜 |
| 9 | (100)配向した多結晶ダイヤモンド膜 |
| 10 | 硼素ドーパダイヤモンド |
| 11 | チタン |

【図1】



【図2】

